

## DIPLÔME NATIONAL DE DOCTORAT

(Arrêté du 25 mai 2016)

Date de la soutenance : **06 novembre 2025**

Nom de famille et prénom de l'auteur. e : **Madame Margaux SANCHEZ**

Titre de la thèse : Potentialité du couplage entre la chromatographie liquide et la chromatographie en fluide supercritique pour la caractérisation de matrices complexes

### Résumé



La chromatographie monodimensionnelle (1D) est parfois insuffisante à la séparation de certaines voire milliers de molécules présentes dans des échantillons complexes. La combinaison de la chromatographie liquide (LC) avec la chromatographie en fluide supercritique (SFC) promet une augmentation de la capacité de pic par analyse bidimensionnelle (2D) grâce à une grande orthogonalité de séparation. Néanmoins, le couplage LCxSFC en ligne s'est longtemps avéré difficile en raison de la faible compatibilité des natures de phases mobiles entre les dimensions. L'environnement riche en eau du gradient de première dimension (1D) entraîne d'importants effets à l'injection en deuxième dimension (2D). Le CO<sub>2</sub> en phase supercritique est soumis à dépressurisation à chaque rotation de la vanne de modulation, ainsi que lorsqu'un split de débit est implémenté en sortie de colonne de première dimension. Les présents travaux se sont d'abord consacrés au développement de nouvelles interfaces LCxSFC afin de réduire les effets à l'injection et améliorer la qualité de séparation 2D. Une configuration préférentielle a été déterminée en fonction de la composition des phases mobiles. Dans un second temps, l'interface a été optimisée par ajout d'une seconde vanne pour contrôler la dépressurisation du CO<sub>2</sub>. La mise en place du split avec succès a permis de gagner en temps d'analyse, en capacité de pics et en robustesse. Le prototype ainsi réalisé a été utilisé pour l'analyse de produits à fort pouvoir de valorisation pour TotalEnergies. La LCxSFC a démontré des performances bien supérieures aux techniques conventionnelles 1D-SFC et LCxLC. Le couplage LCxSFC a permis, d'une part, une caractérisation fine et exhaustive ainsi qu'une différenciation des procédés de synthèse d'huiles biosourcées ; et, d'autre part, l'identification et la quantification semi-relative de marqueurs de recyclage d'huiles reraffinées.

**Mots-clés** : LC,SFC,Caractérisation,